

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

5

(11)Publication number : 07-069831
(43)Date of publication of application : 14.03.1995

(51)Int.Cl. A61K 7/02
A61K 7/00

(21)Application number : 05-237421 (71)Applicant : PENTEL KK
(22)Date of filing : 30.08.1993 (72)Inventor : OTANI SHIGEKI
TAKAGISHI IKUO

(54) LIQUID COSMETIC

(57)Abstract:

PURPOSE: To prepare an excellent liquid cosmetic prevented from discoloration for a long period of time, thus maintaining its inherent blank color.

CONSTITUTION: This liquid cosmetic contains iron black, urea and/or an alkylamine and at least one kind of compound selected from ascorbic acid, salts thereof, erythorbic acid and salts thereof.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 21.07.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3314478

[Date of registration] 07.06.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any
damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] Liquefied cosmetics characterized by becoming iron black, a water-soluble organic solvent, water, and a urea and/or alkylamine from either or plurality with an ascorbic acid, an ascorbic-acid salt, erythorbic acid, and erythorbic acid at least further.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to liquefied cosmetics with little discoloration by still more detailed oxidation of iron black with time about liquefied cosmetics, such as an eyeliner, Neil Kalla -, mascara, and foundation.

[0002]

[Description of the Prior Art] Although carbon black is generally conventionally used for black liquefied cosmetics as a coloring matter, since the benzpyrene whose carbon black is the carcinogenic matter may be contained, the safety is regarded as questionable.

[0003] Moreover, when iron black is used for a coloring matter, if the particle diameter is large, sedimentation of iron black will tend to take place. Especially when it uses for cosmetics with comparatively liquefied hypoviscosity which are used for the applicator of a type with built-in cosmetics, sedimentation of iron black tends [further] to take place. When it used by making iron black into a particle in order to prevent this, it became that it is easy to oxidize with time, and there was a problem colored brown from black.

[0004] Although adding the matter which has reducing power as an antioxidant of iron black is known and the strong ascorbic acid and the erythorbic acid of a reduction operation are often used especially, as for these, it is common to use it, not dissolving in water in the state of an acid, but dissolving using alkanolamines, such as alkali metal, such as various alkalinization agents, for example, a sodium hydroxide etc., and triethanolamine.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] if iron black with big particle diameter is used for the liquefied cosmetics which use iron black as a color material in order to emphasize a blacking wash -- sedimentation of iron black -- generating -- comparatively -- distribution -- if iron black with stable small particle diameter is used, it will be easy to generate discoloration with time. Therefore, if it is used adding a usually general alkalinization agent which was mentioned above in order to control this discoloration, and dissolving an ascorbic acid and/or erythorbic acid, an ascorbic acid and/or erythorbic acid will oxidize for a short period of time, there is a fault inferior to the durability of a reduction operation, and the very much satisfying thing was not obtained.

[0006]

[Means for Solving the Problem] This invention makes a summary the liquefied cosmetics characterized by becoming iron black, a water-soluble organic solvent, water, and a urea and/or alkylamine from either or plurality with an ascorbic acid, an ascorbic-acid salt, erythorbic acid, and erythorbic acid at least further.

[0007] This invention is explained below at a detail. What is necessary is to use iron black as a coloring matter and just to be able to use it for cosmetics generally. In addition, if the distributed stability of iron black is taken into consideration, its small law is desirable, and when a thing 1.2 micrometers or less is about used as particle diameter, it is especially effective [the particle diameter / the commercial thing distributed by the particle, the thing which distributed the thing of big particle diameter conventionally by the well-known disperser, for example, a ball mill, the sand mill, 3 roll mills, etc.].

[0009] Water is used as a main solvent. A water-soluble organic solvent is used in order to prevent desiccation in the spreading section, and freezing at the low temperature of liquefied cosmetics, propylene glycol, glycerol, polyethylene-glycol, 1, and 3-butylene glycol etc. is used suitably, and 2 - 30% of the weight of the whole liquefied cosmetics of the amount used are desirable.

[0010] It adds in order to prevent iron black oxidizing and discoloring an ascorbic acid, an ascorbic-acid salt, erythorbic acid, and erythorbic acid brown, and 0.05% - 10% of the weight of the whole liquefied cosmetics of the amount used are desirable. Under in this range, remarkable effectiveness is not seen, and even if it adds across this range, a change remarkable in effectiveness is not seen.

[0011] A urea and alkylamine are used in order to control the above-mentioned **** ascorbic acid, an ascorbic-acid salt, erythorbic acid, and erythorbic acid reacting with the oxygen in iron black or air, and losing the reduction operation within a short period of time. If alkylamine is good and an example is given the anything generally used, it can illustrate a butylamine, an isobutyl amine, an oleyl amine, a stearyl amine, a dimethyl stearyl amine, a dipropyl amine, triethylamine, a dimethyl millimeter still amine, trilaurylamine, tripentylamine, etc. When the safety is taken into consideration to use it as cosmetics especially, what is desirably indicated by cosmetics raw material criteria, for example, diethylamine, a diethyl amine, isopropylamine, 3-dimethylamino propylamine, etc. are good. 0.05 - 15% of the weight of the whole liquefied cosmetics of the amount used are desirable. Under in this range, remarkable effectiveness is not seen, and even if it adds across this range, a change remarkable in effectiveness is not seen.

[0012] Besides the above indispensable component, the various coloring matters used conventionally for the complementary color if needed, the various alkalinization agents as the resin for giving the macromolecule as a surfactant, various preservation-from-decay antifungal agents, and a viscosity modifier and a water resisting

property as various macromolecules, a surfactant, and a penetrating agent as a dispersant or a distributed assistant and a pH regulator, etc. can be added suitably.

[0013]

[Function] In this invention, an ascorbic acid, an ascorbic-acid salt, erythorbic acid, and erythorbic acid acting and carrying out salt formation to a urea and the amino group of alkylamine, and leaving the antioxidant force required for a result target, too much decomposition reaction is controlled and that from which the long-term continuous antioxidant force is acquired more is conjectured.

[0014]

[Example] Hereafter, an example explains this invention to a detail further. It shows the "weight section" that it is only with the "section" among an example and the example of a comparison.

[0015] Example 1 transparency black oxide of iron (iron black and Toshiki Pigment Make) The 15.0 section JON krill 62 (a styrene-methyl styrene-acrylic-acid copolymer, a dispersant, product made from Johnson Polymer) 5.0 section propylene glycol 7.0 section NIKKO-RU NP-10 (polyoxyethylene (10) nonyl phenyl ether, a surfactant, made in Nikko Chemicals)-0.1 section new side SC (sodium dehydroacetate, a preservation-from-decay antifungal agent, and Japanese Synthetic chemistry)

** 0.2 section sodium ascorbate A 4.0 section urea 2.0 section purified water Among the 66.7 section above-mentioned component, first, ball 200ml made from ** is put into the put-in ball mill made from ** with a capacity of 400ml, and mixed grinding of the whole-quantity [of transparency black oxide of iron and the JON krill 62] and purified water 30 section is carried out for five days. After adding to this the liquid which carried out mixed churning of the whole quantity of sodium ascorbate and a urea, and the purified water 10 section, the liquid which carried out the mixed dissolution of the remaining components was added, it mixed for four days, and black liquefied cosmetics were obtained.

[0016] Example 2 TETSUGURO No.702 (Daito formation iron black, product made from Industry) A 10.0 section glycerol 3.0 section NIKKO-RU PBC-34 (polyoxyethylene (20) polyoxypropylene (4) SECHIRUE-Tell, a dispersant, made in Nikko Chemicals) 3.0 sections MEKKINSUM (methyl parahydroxybenzoate, a preservation-from-decay antifungal agent, product made from Ueno Pharmaceuticals) 0.1 section erythorbic acid 3.0 section diethylamine 2.5 section purified water TETSUGURO No.702 and NIKKO-RU PBC-34 were added to the purified water 50 in the 78.4 section above-mentioned component section, and what was stirred well was distributed in the sand mill for 2 hours. After adding the liquid which carried out mixed churning of the erythorbic acid, whole-quantity [of diethylamine], and purified water 15 section, and dissolved in this and agitating for 10 minutes, the liquid in which the remaining components were dissolved was added, it agitated for 30 minutes, and black liquefied cosmetics were obtained.

[0017] Example 3 ultrafine-particle magnetite (a moisture powder type, iron black, product made from Okamura Oil Mill) 35.0 section polyethylene glycol (molecular weight 200) 5.0 section phenoxyethanol (a preservation-from-decay antifungal agent, Toho Chemical Industry Co., Ltd. make) A 1.0 section ascorbic acid A 5.0 section urea 0.2 section isopropylamine 2.5 section purified water The polyethylene-glycol, phenoxyethanol, and purified water 35 section among the 51.3 section above-mentioned component Mixed churning, After having added what was dissolved to ultrafine particle magnetite, carrying out mixed churning for 30 minutes and considering as a uniform solution, what adds and dissolved an ascorbic acid, a urea, and isopropylamine in the remaining purified water was added, it agitated for 30 more minutes, and black liquefied cosmetics were obtained.

[0018] Example 4 TETSUGURO No.702 (Daito formation iron black, product made from Industry) A 10.0 section glycerol 3.0 section NIKKO-RU PBC-34 (polyoxyethylene (20) polyoxypropylene (4) SECHIRUE-Tell, a dispersant, made in Nikko Chemicals) 3.0 section MEKKINSUM (methyl parahydroxybenzoate, a preservation-from-decay antifungal agent, product made from Ueno Pharmaceuticals) 0.1 section erythorbic acid 3.0 section dioctyl amine 2.5 section purified water TETSUGURO No.702 and NIKKO-RU PBC-34 were added to the purified water 50 in the 78.4 section above-mentioned component section, and what was stirred well was distributed in the sand mill for 2 hours. After adding the liquid which carried out mixed churning of the erythorbic acid, whole-quantity [of a dioctyl amine], and purified water 15 section, and dissolved in this and agitating for 10 minutes, the liquid in which the remaining components were dissolved was added, it agitated for 30 minutes, and black liquefied cosmetics were obtained.

[0019] Example 5 ultrafine-particle magnetite (a moisture powder type, iron black, product made from Okamura Oil Mill) 35.0 section polyethylene glycol (molecular weight 200) 5.0 section phenoxyethanol (a preservation-from-decay antifungal agent, Toho Chemical Industry Co., Ltd. make) A 1.0 section ascorbic acid A 5.0 section urea 0.2 section 3-dimethylamino propylamine 2.5 section purified water The polyethylene-glycol, phenoxyethanol, and purified water 35 section among the 51.3 section above-mentioned component Mixed churning, After having added what was dissolved to ultrafine particle magnetite (moisture powder type), carrying out mixed churning for 30 minutes and considering as a uniform solution, what adds and dissolved an ascorbic acid, a urea, and 3-dimethylamino propylamine in the remaining purified water was added, it agitated for 30 more minutes, and black liquefied cosmetics were obtained.

[0020] In example of comparison 1 example 1, except having added purified water instead of the urea, it made similarly and black liquefied cosmetics were obtained.

[0021] In example of comparison 2 example 2, except having added the sodium carbonate instead of diethylamine, it made similarly and black liquefied cosmetics were obtained.

[0022] In example of comparison 3 example 3, except having added the sodium-hydroxide 1.5 section and the purified water 1.2 section instead of a urea and isopropylamine, it made similarly and black liquefied cosmetics were obtained.

[0023]

[Effect of the Invention] The applicator (STYLINER ACCENTCristian Dior) which attached the nib which bundled the nylon filament for the black liquefied cosmetics obtained in the example and the example of a comparison above as the spreading section was filled up, it considered as the sample for a trial, and the discoloration trial of the remains of spreading shown below was performed.

After leaving it for two days, five days, ten days, and 15 days in the thermostatic chamber of 1:50 degrees C of ** discoloration trials to the sample for a trial obtained from the remains discoloration trial example of spreading, and the example of a comparison, it applied to Kent paper and the existence of discoloration was judged visually.

** After leaving it for two days, five days, and ten days in the thermostatic chamber of 2:70 degrees C of discoloration trials, it applied to Kent paper and the existence of discoloration was judged visually.

evaluation: — O: — it is blacker than having no discoloration or the first stage.

**: Brown is cutting a little from the first stage.

x: It has become brown more clearly than the first stage.

A result is shown in Table 1.

[0024]

[Table 1]

経時日数	実施例					比較例		
	1	2	3	4	5	1	2	3
変色試験 1	2	○	○	○	○	○	○	○
	5	○	○	○	○	○	△	△
	10	○	○	○	○	○	×	×
	15	○	○	○	○	○	×	△
変色試験 2	2	○	○	○	○	○	△	△
	5	○	○	○	○	○	×	△
	10	△	△	○	△	○	×	△

[0025] As explained to the detail above, since the liquefied cosmetics concerning this invention serve as further iron black, a water-soluble organic solvent, water, and a urea and/or alkylamine from either or plurality with an ascorbic acid, an ascorbic-acid salt, erythorbic acid, and erythorbic acid at least, it continues over a long period of time, and the discoloration prevention effectiveness with the passage of time maintains original black, and is excellent.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-69831

(43)公開日 平成7年(1995)3月14日

(51)Int.Cl.⁸

A 61 K 7/02
7/00

識別記号

府内整理番号

F I

技術表示箇所

N
C
D
M

審査請求 未請求 請求項の数1 FD (全5頁)

(21)出願番号 特願平5-237421

(22)出願日 平成5年(1993)8月30日

(71)出願人 000005511

べんてる株式会社

東京都中央区日本橋小網町7番2号

(72)発明者 大谷 繁樹

埼玉県草加市吉町4-1-8 べんてる株
式会社草加工場内

(72)発明者 高岸 郁夫

埼玉県草加市吉町4-1-8 べんてる株
式会社草加工場内

(54)【発明の名称】 液状化粧料

(57)【要約】

【構成】 鉄黒と、尿素および／またはアルキルアミンと、さらにアスコルビン酸、アスコルビン酸塩、エリソルビン酸、エリソルビン酸塩とのいずれかもしくは複数とを含有する液状化粧料。

【効果】 経時変色防止効果が長期に渡って持続し、本来の黒色を維持する優れた液状化粧料。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 鉄黒と、水溶性有機溶剤と、水と、尿素および／またはアルキルアミンと、さらにアスコルビン酸、アスコルビン酸塩、エリソルビン酸、エリソルビン酸塩とのいずれかもしくは複数とから少なくともなることを特徴とする液状化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、アイライナー、ネイルカラー、マスカラ、ファンデーションなどの液状化粧料に関し、更に詳しくは鉄黒の経時的な酸化による変色の少ない液状化粧料に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来黒色の液状化粧料には一般的にカーボンブラックが着色材として使用されているが、カーボンブラックは発ガン性の物質であるベンツピレンが含まれる可能性があるためその安全性が疑問視されている。

【0003】 また、鉄黒を着色材に用いた場合、その粒子径が大きいと鉄黒の沈降が起こりやすい。特に化粧料内蔵タイプの塗布具に使用する様な比較的低粘度の液状の化粧料に用いた場合は更に鉄黒の沈降が起こり易い。これを防止するため鉄黒を微粒子にして用いると経時に酸化され易くなり、黒から茶色に変色する問題があつた。

【0004】 鉄黒の酸化防止剤として還元力を有する物質を添加することは知られており、中でも還元作用の強いアスコルビン酸やエリソルビン酸がよく使用されているが、これらは酸の状態では水に溶解せず、各種アルカリ化剤、例えば、水酸化ナトリウム等のアルカリ金属、トリエタノールアミン等のアルカノールアミンを用いて溶解して使用するのが一般的である。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 鉄黒を色材として使用する液状化粧料は、黒味を強調するために粒子径の大きな鉄黒を使用すると鉄黒の沈降が発生し、比較的分散安定な粒子径の小さい鉄黒を使用すると経時的な変色が発生し易い。よって、この変色を抑制するために上述したような通常一般的なアルカリ化剤を添加してアスコルビン酸および／またはエリソルビン酸を溶解させて使用すると短期間にアスコルビン酸および／またはエリソルビン酸が酸化され、還元作用の持続性に劣る欠点があり、なかなか満足のいくものが得られていなかった。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は、鉄黒と、水溶性有機溶剤と、水と、尿素および／またはアルキルアミンと、さらにアスコルビン酸、アスコルビン酸塩、エリソルビン酸、エリソルビン酸塩とのいずれかもしくは複数とから少なくともなることを特徴とする液状化粧料を要旨とするものである。

【0007】 以下に本発明を詳細に説明する。鉄黒は着

色材として用いるものであり、一般的に化粧品に使用出来るものであれば良い。尚、鉄黒の分散安定性を考慮すると、その粒子径は小さい方が好ましく、微粒子に分散された市販のものや、大きな粒子径のものを従来公知の分散機、例えばボールミル、サンドミル、三本ロールミル等で分散したものなど、粒子径としてはおおよそ1.2 μm以下のものを使用した場合、特に有効である。

【0009】 水は主溶剤として用いるものである。水溶性有機溶剤は、塗布部での乾燥、および液状化粧料の低温での凍結を防ぐために使用するものであって、プロピレングリコール、グリセリン、ポリエチレングリコール、1, 3-ブチレングリコール等が好適に使用され、その使用量は液状化粧料全体の2～30重量%が好ましい。

【0010】 アスコルビン酸、アスコルビン酸塩、エリソルビン酸、エリソルビン酸塩は鉄黒が酸化され褐色に変色するのを防止するために添加するものであり、その使用量は液状化粧料全体の0.05%～10重量%が好ましい。この範囲未満では顕著な効果が見られず、この範囲を越えて加えても効果に著しい変化は見られない。

【0011】 尿素およびアルキルアミンは、上述せるアスコルビン酸、アスコルビン酸塩、エリソルビン酸、エリソルビン酸塩が鉄黒または空気中の酸素と反応して短期間のうちにその還元作用を失うのを抑制するために使用するものである。アルキルアミンは、一般的に使用されるものなら何でもよく、一例を挙げると、ブチルアミン、イソブチルアミン、オレイルアミン、ステアリルアミン、ジメチルステアリルアミン、ジプロピルアミン、トリエチルアミン、ジメチルミリストチルアミン、トリラウリルアミン、トリペンチルアミンなどが例示できる。特に、化粧料として使用するにその安全性を考慮すると、望ましくは化粧品原料基準に記載されるもの、例えばジエチルアミン、ジオクチルアミン、イソプロピルアミン、3-ジメチルアミノプロピルアミンなどがよい。その使用量は液状化粧料全体の0.05～15重量%が好ましい。この範囲未満では顕著な効果が見られず、この範囲を越えて加えても効果に著しい変化は見られない。

【0012】 以上の必須成分の他に、必要に応じて補色用の従来用いている各種着色材や、分散剤または分散助剤として各種高分子、界面活性剤、浸透剤として界面活性剤、各種防腐防黴剤、粘度調節剤としての高分子、耐水性を付与するための樹脂、pH調整剤としての各種アルカリ化剤等を適宜添加することが出来る。

【0013】

【作用】 本発明においては、アスコルビン酸、アスコルビン酸塩、エリソルビン酸、エリソルビン酸塩が、尿素およびアルキルアミンのアミノ基に作用して造塩し、結果的に必要な酸化防止力を残しながら、過度の分解反応が抑制されて、より長期の持続的な酸化防止力が得られ

ているものと推測される。

【0014】

【実施例】以下、本発明を実施例により更に詳細に説明*

透明黒酸化鉄（鉄黒、東色ピグメント製（株））	15.0部
ジョンクリル62（スチレン-メチルスチレン-アクリル酸共重合体、分散剤、	
ジョンソンポリマー（株）製）	5.0部
プロピレングリコール	7.0部
ニッコールNP-10（ポリオキシエチレン（10）ノニルフェニルエーテル、	
界面活性剤、日光ケミカルズ（株）製）	0.1部
ニューサイドSC（デヒドロ酢酸ナトリウム、防腐防黴剤、日本合成化学（株）	
製）	0.2部
アスコルビン酸ナトリウム	4.0部
尿素	2.0部
精製水	66.7部

上記成分中、まず、透明黒酸化鉄およびジョンクリル62の全量と精製水30部を磁製ボール200mlを入れた容量400mlの磁製ボールミルに入れ、5日間混合摩碎する。これに、アスコルビン酸ナトリウムと尿素の※

* 全量および精製水10部を混合攪拌した液を加えた後、残りの成分を混合溶解した液を加えて4日間混合して黒色の液状化粧料を得た。

【0015】実施例1

テツグロNo.702（鉄黒、大東化成工業（株）製）	10.0部
グリセリン	3.0部
ニッコールPBC-34（ポリオキシエチレン（20）ポリオキシプロピレン（4）セチルエーテル、分散剤、日光ケミカルズ（株）製）	3.0部
メッキンスM（パラオキシ安息香酸メチル、防腐防黴剤、上野製薬（株）製）	
エリソルビン酸	0.1部
ジエチルアミン	3.0部
精製水	2.5部
	78.4部

上記成分中精製水50部にテツグロNo.702とニッコールPBC-34とを加え、良好かき混ぜたものをサンドミルにて2時間分散させた。これにエリソルビン酸30部とジエチルアミンの全量と精製水15部を混合攪拌して★

★溶解した液を添加し、10分間攪拌した後、残りの成分を溶解させた液を加え30分攪拌して黒色の液状化粧料を得た。

【0016】実施例2

超微粒子マグネタイト（水分散タイプ、鉄黒、岡村製油（株）製）	35.0部
ポリエチレングリコール（分子量200）	5.0部
フェノキシエタノール（防腐防黴剤、東邦化学工業（株）製）	1.0部
アスコルビン酸	5.0部
尿素	0.2部
イソプロピルアミン	2.5部
精製水	51.3部

上記成分中、ポリエチレングリコールとフェノキシエタノールと精製水35部を混合攪拌、溶解したものを超微粒子マグネタイトに添加し30分間混合攪拌し均一な溶

☆ンを残りの精製水に添加し、溶解させたものを加え、更に30分間攪拌して黒色の液状化粧料を得た。

【0017】実施例3

テツグロNo.702（鉄黒、大東化成工業（株）製）	10.0部
グリセリン	3.0部
ニッコールPBC-34（ポリオキシエチレン（20）ポリオキシプロピレン（4）セチルエーテル、分散剤、日光ケミカルズ（株）製）	3.0部
メッキンスM（パラオキシ安息香酸メチル、防腐防黴剤、上野製薬（株）製）	
エリソルビン酸	0.1部
ジオクチルアミン	3.0部
	2.5部

精製水

上記成分中精製水50部にテツグロNo.702とニッコールPBC-34とを加え、良くかき混ぜたものをサンドミルにて2時間分散させた。これにエリソルビン酸とジオクチルアミンの全量と精製水15部を混合攪拌し*

超微粒子マグネタイト（水分散タイプ、鉄黒、岡村製油（株）製）
ポリエチレングリコール（分子量200）
フェノキシエタノール（防腐防黴剤、東邦化学工業（株）製）
アスコルビン酸
尿素
3-ジメチルアミノプロピルアミン
精製水

上記成分中、ポリエチレングリコールとフェノキシエタノールと精製水35部を混合攪拌、溶解したものを超微粒子マグネタイト（水分散タイプ）に添加し30分間混合攪拌し均一な溶液とした後、アスコルビン酸と尿素と3-ジメチルアミノプロピルアミンを残りの精製水に添加し、溶解させたものを加え、更に30分間攪拌して黒色の液状化粧料を得た。

【0020】比較例1

実施例1において、尿素の代わりに精製水を加えた以外は同様にして黒色液状化粧料を得た。

【0021】比較例2

実施例2において、ジエチルアミンの代わりに炭酸ナトリウムを加えた以外は同様にして黒色の液状化粧料を得た。

【0022】比較例3

実施例3において、尿素とイソプロピルアミンの代わりに水酸化ナトリウム1.5部と精製水1.2部を加えた以外は同様にして黒色の液状化粧料を得た。

【0023】

【発明の効果】以上実施例、比較例で得られた黒色の液

78.4部

*で溶解した液を添加し、10分間攪拌した後、残りの成分を溶解させた液を加え30分攪拌して黒色の液状化粧料を得た。

【0019】実施例5

超微粒子マグネタイト（水分散タイプ、鉄黒、岡村製油（株）製）	35.0部
ポリエチレングリコール（分子量200）	5.0部
フェノキシエタノール（防腐防黴剤、東邦化学工業（株）製）	1.0部
アスコルビン酸	5.0部
尿素	0.2部
3-ジメチルアミノプロピルアミン	2.5部
精製水	51.3部

状化粧料を、ナイロンフィラメントを束ねたペン先を塗布部として取付けた塗布具（STYLINER ACCENT Crystian Dior）に充填して試験用サンプルとし、以下に示す塗布跡の変色試験を行なった。

塗布跡変色試験

実施例、比較例より得られた試験用サンプルに対して

20 ①変色試験1：50℃の恒温室に2日、5日、10日、15日間放置した後、ケント紙に塗布し、目視で変色の有無を判定した。
 ②変色試験2：70℃の恒温室に2日、5日、10日間放置した後、ケント紙に塗布し、目視で変色の有無を判定した。

評価：○：変色無しまたは初期より黒い。

△：初期よりやや茶色がかっている。

×：初期より明らかに茶色に変色している。

表1に結果を示す。

30 【0024】

【表1】

経時日数	実施例	比較例			
		1	2	3	
変色試験 1	2	○	○	○	○
	5	○	○	○	○
	10	○	○	○	○
	15	○	○	○	○
変色試験 2	2	○	○	○	△
	5	○	○	○	○
	10	△	△	○	△

【0025】以上詳細に説明したように、本発明に係る液状化粧料は、鉄黒と、水溶性有機溶剤と、水と、尿素および／またはアルキルアミンと、さらにアスコルビン酸、アスコルビン酸塩、エリソルビン酸、エリソルビン

酸塩とのいずれかもしくは複数とから少なくともなるので、経時変色防止効果が長期に渡って持続し、本来の黒色を維持する優れたものである。